



ABSTRACT ATTACHED

DT 25 38 092 A 1

⑪

Offenlegungsschrift 25 38 092

⑫

Aktenzeichen:

P 25 38 092.1-43

⑬

Anmeldetag:

27. 8. 75

⑭

Offenlegungstag:

3. 3. 77

⑮

Unionspriorität:

⑮ ⑮ ⑮

⑯

Bezeichnung:

Verfahren zur strahlenchemischen Veredlung von textilen Fasern bzw. den daraus hergestellten Flächengebilden

⑰

Anmelder:

Textilforschungsanstalt Krefeld e.V., 4150 Krefeld

⑱

Erfinder:

Kehren, Marie-Luise, Dipl.-Chem. Dr., Valk, Giseler, Prof. Dr.rer.nat.,
Dipl.-Chem.; 4150 Krefeld

Prüfungsantrag gem. § 28 b PatG ist gestellt

DT 25 38 092 A 1

Dr.-Ing. WALTER STARK

2538092

PATENTANWALT

D-4150 Krefeld 1 Moerser Straße 140 · Telefon (02151) 28222 u. 20469

Datum

26. AUG. 1975

Bei Antwort bitte angeben

Mein Zeichen 5 e1 75 260

Ihr Zeichen

Textilforschungsanstalt Krefeld e. V., 415 Krefeld,
Frankenring 2

Verfahren zur strahlenchemischen Veredlung von textilen Fasern
bzw. den daraus hergestellten Flächengebilden

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur strahlenchemischen Veredlung von Baumwollfasern und cellulosichen Chemiefasern sowie deren Mischung mit Synthefasern oder reinen Synthefasern, insbesondere für die Oleophobierung, Hydrophilierung, Schmutzabweisung sowie für die Erzielung antistatischer Eigenschaften, der Schwerentflammbarkeit sowie der Pflegeleichtigkeit, bei dem die zu veredelnde Faser bzw. das daraus hergestellte Flächengebilde zunächst mit einer Flotte beladen wird, die wenigsten eine vinylgruppenhaltige Verbindung und einen Sensibilisator enthält, und bei dem anschließend die vinylgruppenhaltige Verbindung durch UV-Bestrahlung an das textile Flächengebilde addiert wird, das dann gewaschen wird, wobei es gegebenenfalls vorher noch getrocknet und kondensiert wird.

709809/1115

ORIGINAL INSPECTED

Strahlenchemische Verfahren zur Veredlung von textilen Flächengebilden sind an sich schon lange bekannt. Erst in jüngerer Zeit finden jedoch diese Veredlungsverfahren im Zeichen der Energiekrise und der Auflagen zum Umweltschutz gesteigertes Interesse, wobei allerdings deren Beherrschung noch immer nicht unerhebliche Schwierigkeiten bereitet.

Grundsätzlich kann eine strahlenchemische Veredlung sowohl mit Hochenergiestrahlen (γ -Quellen und Elektronenbeschleuniger) als auch mit Niederenergiestrahlen (UV und Glimmentladung) erfolgen. Dabei bestimmt die Strahlenleistung der jeweils verwendeten Strahlenquelle die Bestrahlungszeit und darüber hinaus auch wegen verschiedener sekundärer Reaktionen auch die erzielten Effekte.

Bei optimaler Verfahrensführung kommt es bei der Strahlenbehandlung zur Ausbildung von konvalent gebundenen Seitenketten. Dabei können je nach Charakter der Vinylkomponente und des textilen Flächengebildes die unterschiedlichsten Effekte erzielt werden, beispielsweise Olephobierung, Hydrophilierung, Schmutzabweisung, antistatische Eigenschaften, Schwerentflammbarkeit sowie Pflegeleichtigkeit.

Bei cellulosischen Fasern ist man besonders an einem wirtschaftlichen Verfahren für die Knitterarmausrüstung interessiert, da hierfür immer noch das klassische Naß-Verweil-Verfahren zur Anwendung kommt, bei dem die Addition der Vinylkomponente, beispielsweise Methylolacrylamid, in einer

mehrstündigen und deshalb diskontinuierlichen, alkalischen Behandlung erfolgt, die zudem ausgedehnte Waschstufen nach sich zieht.

Aber auch die bisher bekannten strahlenchemischen Veredlungsverfahren weisen Nachteile auf, die deren wirtschaftliche Anwendungen bisher in Frage stellten. So erfordert die Anwendung von Hochenergiestrahlen sehr hohe Investitionskosten und aufwendige Sicherheitsmaßnahmen zum Schutz von Strahlenschäden. Insbesondere mittlere und kleinere Betriebe sind deshalb allenfalls an der Behandlung mit Niederepergiestrahlen interessiert.

Eine wirtschaftliche Anwendung scheiterte jedoch bisher daran, daß trotz der Zugabe von Sensibilisatoren die notwendige Bestrahlungszeit für einen kontinuierlichen Verfahrensablauf zu hoch ist. So beträgt beispielsweise die Bestrahlungszeit mittel UV-Bestrahlung zur Erzielung von Quervernetzung in Baumwolle in Stickstoffatmosphäre 60 Minuten.

Der Erfindung liegt auf Grund dessen die Aufgabe zugrunde, bei einem Verfahren der eingangs genannten Art die für die Addition der vinylgruppenhaltigen Verbindung mittels UV-Bestrahlung erforderliche Bestrahlungszeit so stark zu verringern, daß ein kontinuierlicher Verfahrensablauf erzielt werden kann.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß als Flotte ein Lösungsmittel oder ein Lösungsmittel-Wasser - Gemisch und als Sensibilisator eine karbonylhaltige Ver-

bindung mit UV-Absorption im Bereich von 300-400 nm verwendet wird.

Durch den Einsatz einer derartigen karbonylhaltigen Verbindung in einer Lösungsmittel- oder Lösungsmittel-Wasser-Flotte wird die Wirkung der UV-Bestrahlung derart erhöht, daß die Bestrahlungszeit im Höchsthalle wenige Minuten beträgt, sodass die Veredlung des textilen Flächengebildes im kontinuierlichen Ablauf erfolgen kann. Dabei bieten sich als karbonylhaltige Verbindungen Benzoinderivate, insbesondere Benzoinäther an.

Die von der Erfindung bewirkte Verkürzung der Bestrahlungszeit tritt schon dann ein, wenn der Sensibilisator in einer Konzentration von 0,5 - 1 g/l verwendet wird.

Gemäss einem weiteren Merkmal der Erfindung ist vorgesehen, die UV-Bestrahlung in einen Emissionsbereich von 300-400nm stattfinden zu lassen. Die beste Bestrahlungswirkung wird bei einem Emissionswert von 366 nm erzielt. Dabei liegt die für die Addition der vinylgruppenhaltigen Verbindung notwendige Bestrahlungszeit zwischen zehn Sekunden bis 10 Minuten, wobei diese abhängig ist von der Art und der Dicke des zu veredelnden Flächengebildes.

In weiterer Ausbildung der Erfindung ist vorgesehen, daß die UV-Bestrahlung mit Temperaturen zwischen 60 und 80°C vorgenommen wird, wobei die besten Ergebnisse bei einer Temperatur von 70°C erzielt werden.

Für die Knitterarmausrüstung, die insbesondere für cellulosische Stoffe interessant ist, schlägt die Erfindung ferner vor, daß eine vinylgruppenhaltige Verbindung mit wenigstens einer Menthylolgruppe verwendet wird, der ein Katalysator zugegeben wird. Diese Verbindung kann beispielsweise ein N-Methylolacrylamid sein.

Als Katalysator schlägt die Erfindung den Einsatz von Magnesiumchloridhydrat vor.

Ferner sieht die Erfindung zur Verbesserung des Trockenknitterwinkels vor, daß zusätzlich noch Dimethyloläthylenharnstoff zugegeben wird.

Hinsichtlich der optimalen Konzentrationswerte schlägt die Erfindung ferner vor, daß das N-Methylolacrylamid in einer Konzentration von 40 bis 80 g/l, der Katalysator in einer Konzentration ca. 12 g/l und der Dimethyloläthylenharnstoff in einer Konzentration von 35 - 60 g/l verwendet wird.

Als Lösungsmittel-Wasser-Gemisch sieht die Erfindung für die Knitterarmausrüstung ein Alkohohl-, vorzugsweise ein Äthanol-Wasser-Gemisch vor, dessen Mischungsverhältnis Äthanol zu Wasser zweckmäßigerweise bei 40:60 liegt.

Schließlich sieht die Erfindung vor, daß das textile Flächengebilde zu 20 - 100% mit Flotte beladen wird.

Anhand eines Beispiels sei die Erfindung näher veranschaulicht. Dabei wurde ein Baumwollgewebe zu 90% mit Flotte beladen. Die Flotte bestand dabei aus einem Äthanol-Wasser- Gemisch mit einem Mischungsverhältnis 40:60, dem 60 g/l Methylolacrylamid, 12 g/l Magnesiumchloridhydrat und 40 g/l Dimethyloläthylenharnstoff sowie 0,6 g/l eines Sensibilisators zugegeben worden war. Damit entsprach die Zusammensetzung bis auf den Sensibilisator und das Alkohol-Wasser- Gemisch derjenigen, wie sie beim klassischen Naß-Verweil-Verfahren verwendet wird.

Das derart präparierte Baumwollgewebe wurde dann kurzzeitig mit UV-Bestrahlung behandelt und anschließend, wie üblich getrocknet und kondensiert. Bei Auflagen bis zu 9% wurden dann Trocken- und Naßknitterwinkel von ca. 140° gemessen, die den Werten entsprechen, die bei Anwendung des klassischen Naß-Verweil-Verfahrens erzielt werden.

A n s p r ü c h e

- ①. Verfahren zur strahlenchemischen Veredlung von Baumwollfasern und cellulosischen Chemiefasern sowie deren Mischungen mit Synthefasern und reinen Synthefasern, insbesondere für die Oleophobierung, Hydrophilierung, Schmutzabweisung sowie zur Erzielung antistatischer Eigenschaften, deren Schwerentflammbarkeit sowie der Pflegeleichtigkeit, bei dem die zu veredelnde Faser bzw. das daraus hergestellte textile Flächengebilde zunächst mit einer Flotte beladen wird, die wenigstens eine vinylgruppenhaltige Verbindung und einen Sensibilisator enthält, und bei dem anschließend die vinylgruppenhaltige Verbindung durch UV-Bestrahlung an das textile Flächengebilde addiert wird, das dann gewaschen wird, wobei es gegebenenfalls vorher noch getrocknet und kondensiert wird, dadurch gekennzeichnet, daß als Flotte ein Lösungsmittel oder ein Lösungsmittel-Wasser-Gemisch und als Sensibilisator eine karbonylhaltige Verbindung mit UV-Absorption im Bereich von 300-400 nm verwendet wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als karbonylhaltige Verbindung ein Benzoinderivat verwendet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Benzoinderivat Benzoinäthyläther verwendet wird.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3 dadurch gekennzeichnet, daß der Sensibilisator in einer Konzentration von 0,5 - 1 g/l verwendet wird.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die UV-Bestrahlung in einem Emissionsbereich von 300-400 nm vorgenommen wird.
6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß die UV-Bestrahlung bei einem Emissionswert von 366 nm vorgenommen wird.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß mit einer Bestrahlungszeit von 10 Sekunden bis 10 Minuten bestrahlt wird.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die UV-Bestrahlung mit Temperaturen zwischen 60 und 80°C vorgenommen wird.
9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß bei einer Temperatur von 70°C bestrahlt wird.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß für die Knitterarmausrüstung eine vinylgruppenhaltige Verbindung mit wenigstens einer Methylolegruppe verwendet wird, der ein Katalysator zugegeben wird.
11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß als vinylgruppenhaltige Verbindung mit einer Methylolegruppe ein N-Methyloleacrylamid verwendet wird.
12. Verfahren nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, daß als Katalysator Magnesiumchloridhydrat zum Einsatz kommt.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 10-12, dadurch gekennzeichnet, daß zusätzlich noch Dimethyloläthylenharnstoff zugegeben wird.
14. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß N-Methylolacrylamid in einer Konzentration von 60 g/l, der Katalysator in einer Konzentration von 12 g/l und der Dimethyloläthylenharnstoff in einer Konzentration von 40 g/l verwendet wird.
15. Verfahren nach einem der Ansprüche 10 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß als Lösungsmittel-Wasser-Gemischein Alkohol-, vorzugsweise Äthanol-Wasser-Gemisch verwendet wird.
16. Verfahren nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß das Äthanol-Wasser-Gemisch mit einem Mischungsverhältnis von 40:60 eingesetzt wird.
17. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß das textile Flächengebilde zu 20-100% mit Flotte beladen wird.

DE 2538092

(c) 2004 Thomson Derwent. All rts. reserv.
001795682

WPI Acc No: 1977-16648Y/ 197710

Radiation chemical finishing of cellulosic and synthetic fibres - with liquor contg. vinyl cpd., sensitiser and solvent reduces exposure

Patent Assignee: TEXTILFORSCH KREFELD EV (TEKR)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
DE 2538092	A	19770303			197710	B
DE 2538092	B	19800207			198007	

Priority Applications (No Type Date): DE 2538092 A 19750827

Abstract (Basic): DE 2538092 A

Method is esp. for providing oleophobic, hydrophilic, soil-repellent, antistatic, low flammability and easy care properties, and involves treating the fibres or textiles with a liquor contg. cpd(s). (I) with vinyl gps. and a sensitiser (II), then subjecting to UV radiation so that (I) adds to the textile, opt. drying and condensing and finally washing. The improvement comprises the use of a liquor contg. a solvent (II) and opt. water and, as (II), a carbonyl cpd. with UV absorption in the 300-400nm range. (II) pref. is a benzoin deriv. and is used in a concn. of 0.5-1 g/l.

The UV exposure time is short enough to allow the process to be operated continuously. Pref. (I) is $\text{CH}_2\text{:CH.CO.NH.CH}_2\text{OH}$ (60g/l), (II) is benzoin ethyl ether and (III) is EtOH, which is mixed with water in 40:60 ratio. The liquor pref. also contains MgCl_2 hydrate (12g/l) as catalyst and dimethylolurea (40g/l).

Derwent Class: A35; F06

International Patent Class (Additional): D06M-010/00; D06M-015/36

THIS PAGE BLANK (USPTO)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)